

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y

76821

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 07.11.1972 (P. 158721)

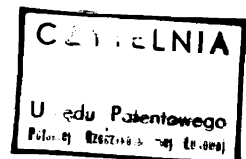
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.09.1973

Opis patentowy opublikowano: 30.07.1976

MKP C07f 9/08

Int. Cl.² C07F 9/08



Twórcy wynalazku: Mieczysław Bukafa, Jerzy Arct, Marian Dul, Danuta Grejciun,
Aleksy Pasternak, Józef Kargul, Czesław Lato

Uprawniony z patentu: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania fosforanów trójalkilowych lub fosforanów aryloalkilowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania fosforanów trójalkilowych lub fosforanów aryloalkilowych na drodze bezpośredniej estryfikacji tlenochlorku fosforu lub chloroarylofosforanów alkoholami alifatycznymi.

Dotychczas znany sposób otrzymywania fosforanów trójalkilowych, względnie fosforanów aryloalkilowych, polega na reakcji w temperaturze 20–40°C pod ciśnieniem normalnym atmosferycznym 100 części wagowych tlenochlorku fosforu, względnie chloroarylofosforanów, z 40–400 częściami wagowymi alkoholu alifatycznego w rozpuszczalniku organicznym, oraz w obecności czynników wiążących wydzielający się chlorowódz, jak np. pirydyny, w czasie około 5 godzin. Z otrzymanej mieszaniny reakcyjnej oddziela się produkt addycji chlorowodoru na drodze filtrowania, a otrzymany produkt po zobojętnieniu 5–10% roztworem Na_2CO_3 i wody poddaje się destylacji w celu odpędzenia rozpuszczalnika oraz nieprzereagowanego alkoholu. Otrzymany w ten sposób surowy produkt oczyszcza się na drodze destylacji próżniowej.

Zasadniczą niedogodnością techniczną tego sposobu otrzymywania jest konieczność stosowania rozpuszczalników organicznych oraz czynników wiążących chlorowódz, co powoduje konieczność dodatkowych operacji, a mianowicie filtracji adduktu chlorowodoru i destylacji rozpuszczalnika.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie tych niedogodności, zaś zagadnieniem technicznym jest opracowanie sposobu umożliwiającego osiągnięcie tego celu.

Zagadnienie to zostało rozwiązane przez prowadzenie estryfikacji pod zmniejszonym ciśnieniem wynoszącym 20–100 mm Hg. W sposobie tym do 100 części wagowych tlenochlorku fosforu lub chloroarylofosforanów dodaje się 40–400 części wagowych alkoholu alifatycznego zawierającego 6–12 atomów węgla oraz 0,08–2 części wagowych metalicznego magnezu i całość ogrzewa się do temperatury 40–120°C w czasie 1–10 godzin pod zmniejszonym ciśnieniem wynoszącym 20–100 mm Hg przy energicznym mieszaniu. Po zakończeniu reakcji regeneruje się nieprzereagowany alkohol alifatyczny z mieszaniny reakcyjnej na drodze destylacji próżniowej z przegrzaną parą wodną pod ciśnieniem 20–60 mm Hg w temperaturze kotła destylacyjnego 20–100°C.

Zasadniczą korzyścią techniczną wynikającą ze stosowania sposobu według wynalazku jest wyeliminowanie stosowania rozpuszczalników organicznych i czynników wiążących chlorowódz.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest w przykładzie wykonania.

P r z y k ł a d. W czterosztynej kolbie okrągłodennej o pojemności 500 ml, zaopatrzonej w mieszadło z zamknięciem dławikowym, termometr, barbotkę doprowadzającą azot i chłodnicę z odprowadzeniem do próżni, umieszcza się 100 g dwufenylochlorofosforanu, 53,5 g alkoholu izooktyowego oraz 0,11 g metalicznego magnezu, po czym mieszaninę reakcyjną ogrzewa się do temperatury 210°C przy energicznym mieszaniu i przepuszczaniu suchego azotu. Po osiągnięciu temperatury 210°C włącza się próżnię i prowadzi reakcję pod zmniejszonym ciśnieniem wynoszącym 40 mm Hg przez 3 godziny. Surowy produkt poddaje się destylacji próżniowej z przegrzaną parą wodną o temperaturze 120°C pod zmniejszonym ciśnieniem wynoszącym 35 mm Hg i w temperaturze 60°C dla odpędzenia nieprzereagowanego izooktanolu. Otrzymuje się 128 g produktu o następujących właściwościach, a mianowicie temperatura zapłonu 220°C, współczynnik załamania światła $n_D^{20} = 1,5060$, ciężar właściwy $d_4^{20} = 1,076$, zawartość fosforu 8,5%, zawartość chloru 0%.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób otrzymywania fosforanów trójalkilowych lub fosforanów aryloalkilowych na drodze bezpośredniej estryfikacji tlenochloru fosforu lub chloroarylofosforanów alkoholami alifatycznymi, **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się pod zmniejszonym ciśnieniem wynoszącym 20–100 mm Hg.